

PENGEMBANGAN METODE RAPID TEST DALAM PENENTUAN ASH CONTENT DAN CALORIFIC VALUE BATUBARA DI LABORATORIUM PT JASA MUTU MINERAL INDONESIA

THE DEVELOPMENT OF RAPID TEST METHODS TO DETERMINE OF ASH CONTENT AND CALORIFIC VALUE OF COAL AT THE LABORATORY PT JASA MUTU MINERAL INDONESIA

Anisa Kumalasari^{*1}, Aman Sentosa Panggabean¹ dan Erwin Akkas¹

¹Jurusan Kimia FMIPA Universitas Mulawarman

*Corresponding Author : anisakumalasari27@yahoo.com

ABSTRACT

A research on development of rapid test methods for two parameters, calorific value and ash content, based on the needs of minimum time analysis has been conducted. This study aims to determine whether the analytical performance of rapid test methods is comparable with the standard methods. The results showed that the standard and the rapid test method have good analytical performance. Accuracy results which is expressed as recovery percentage show that the calorific values of both methods were in the range of 99.75 % - 100.40 % and the ash content values with both methods were in the range of 93.33 % - 103.70 %. Precision results by CV percentage showed that the calorific value were 0.21 % and 0.23 %, and the value of ash content were 4.03% and 4.28%. For the ruggedness parameter test, the success rate was almost for the entire parameter, excepts for precision test where the ash content value obtained has CV percentage ≥ 5 %. Nevertheless, the overall parameters of the test and the analytical performance analysis are extremely good and acceptable according to the references and a rapid test method can be used as an alternative method.

Keywords : *Rapid Test, Calorific Value, Ash Content, Analytical Performance*

PENDAHULUAN

Batubara merupakan salah satu bahan bakar yang banyak digunakan disamping bahan bakar minyak dan gas bumi. Secara umum batubara digunakan untuk tujuan: pembakaran dan pembangkit tenaga listrik [1]. Baik atau tidaknya kualitas dari suatu batubara dapat diketahui dari hasil analisa yang dilakukan di laboratorium batubara. Ada beberapa standar analisa yang dimiliki batubara dalam pengujian parameternya, dua diantaranya adalah standar ASTM (*American Standard Test Methode*), ISO (*International Standard*), dan lain-lain.

Standar metode yang umum digunakan seperti yang disebutkan di atas dalam pengerjaannya diperlukan proses preparasi yang sangat lama yakni hingga 4 sampai 18 jam untuk proses pengeringan saja sedangkan sampel batubara masih harus melewati beberapa proses preparasi lainnya dengan waktu tertentu sebelum sampel siap dianalisa di laboratorium. Terkadang untuk tujuan dan keperluan tertentu pemilik batubara menginginkan data hasil analisa laboratorium yang tepat dan cepat. Sehingga diperlukan suatu pengembangan metode untuk memenuhi kebutuhan tersebut.

Rapid test adalah cara alternatif bagi laboratorium jasa analisa batubara agar pengerjaan parameter batubara seperti *calorific value* dan *ash contain* lebih cepat dibandingkan dengan metode standar. Sebelum metode baru diterapkan dalam

suatu analisis kimia, menjadi suatu keharusan untuk mengukur kinerja analitik metode yang dikembangkan sebagai bukti bahwa karakteristik kinerja prosedur itu memenuhi persyaratan aplikasi analitik agar diperoleh suatu data yang dapat dipertanggungjawabkan [2].

Oleh karena itu, berdasarkan pertimbangan tersebut maka diperlukan suatu penelitian tentang pengembangan metode *rapid test* sebagai metode alternatif analisa cepat untuk penetapan *calorific value* dan *ash contain* dan melakukan uji kinerja analitik dari metode dengan parameter pengujian akurasi, presisi dan ketahanan sehingga dapat menjamin kualitas metode yang dikembangkan. Metode *rapid test* diharapkan dapat digunakan sebagai metode alternatif analisis cepat di laboratorium jasa analisa batubara dengan hasil yang baik dan dengan pengerjaan yang efisien.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *branch scale* dengan ketelitian 0,1 gram, *hammer crusher* dengan output partikel 4,75 mm, *rotary sample divider* (RSD), *raymond mill*, *drying oven* suhu 40 °C, baki aluminium, *analytical balance* kapasitas 210 gr dengan ketelitian 0,1 mg, cawan tertutup, botol sampel, oven pengering, *crucible*,

spatula, LECO AC-500, *combustion vessel*, Carbolite VMF 10/6 dan sekop.

Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sampel batu bara, gas oksigen dengan kemurnian > 99,5 %, *glass wool*, dan aquades.

Prosedur Penelitian

Preparasi Sampel Metode Standar Baku

1. Penimbangan

Bongkahan sampel batubara disiapkan dan ditempatkan pada baki aluminium. Kemudian sampel ditimbang sebanyak 1,5 kg.

2. Peremukan

Alat *hammer crusher* dihidupkan dan dimasukkan sampel secara perlahan ke dalamnya. Setelah sampel diremukkan menjadi ukuran 4,75 mm, sampel ditampung pada baki aluminium.

3. Pembagian

Alat *hopper* dan *feeder* disiapkan selanjutnya dihidupkan alat RSD dan setting kecepatan RSD yang disyaratkan. Sampel dimasukkan ke dalam *hopper* tanpa melebihi kapasitas *hopper*. Setelah sampel terbagi merata *feeder* dimatikan kemudian alat RSD dimatikan. Setelah itu sampel ditampung kembali pada baki aluminium

4. Pengeringan

Sampel hasil pembagian di atas baki ditimbang sebanyak 1,5 kg. Kemudian dimasukkan dalam *drying oven* dengan suhu 40 °C selama empat jam pemanasan. Setelah empat jam pemanasan baki dikeluarkan dari *drying oven*.

5. Penggilingan

Wadah penampung yang berada pada alat *raymond mill* dibersihkan lalu dimasukkan sampel ke dalam wadah penampung dan diputar tuas pada alat. Kemudian dihidupkan alat *raymond mill* hingga ukuran sampel batubara menjadi 0,212 mm, dimatikan arus listriknya. Kemudian sampel tersebut disimpan pada botol sampel dan diberi label.

Metode Rapid Test

Proses preparasi sampel pada metode rapid test hampir keseluruhan sama dengan metode standar. Perbedaan perlakuan hanya terletak pada tahap pengeringan.

Tahap Pengeringan

Sampel batubara hasil pembagian di atas baki ditimbang sebanyak 250 gram. Kemudian dimasukkan ke dalam oven. Pada penelitian ini dilakukan variasi suhu dan waktu yakni pada suhu 50 °C; 60 °C; 70 °C; 80 °C; 90 °C; 100 °C; 110 °C; 120 °C; 130 °C; 140 °C; 150 °C dan 160 °C dengan variasi waktu 2 menit, 4 menit dan 6 menit. Setelah

pengeringan mencapai suhu dan waktu yang telah ditentukan baki beserta isinya dikeluarkan dari oven. Kemudian dilakukan spot dan sampel dimasukkan secara acak ke dalam botol tertutup.

Analisa Batubara

Analisa Calorific Value

Sampel ditimbang sebanyak 1 gram ke dalam *crucible*, kemudian dimasukkan ke dalam *combustion vessel* lalu isi bomb dengan gas oksigen sampai ≥ 500 psi. *Combustion vessel* diletakkan ke dalam *bomb bucket* lalu tutup *cover bucket* dan sampel dianalisa menggunakan instrument LECO AC-500. Setelah sampel habis terbakar, secara otomatis besarnya nilai kalori akan muncul pada monitor. Analisa *calorific value* dilakukan sebanyak 10 kali.

Analisis Ash Content

Berat *crucible* ditimbang dan dicatat yang belum terisi sampel, kemudian ditimbang sampel sebanyak 1 gram ke dalam *crucible*. Selanjutnya *crucible* yang berisi sampel batubara dimasukkan ke dalam instrument Carbolite VMF 10/6 yang bersuhu 500 °C selama 1 jam. Setelah mencapai 1 jam suhu dinaikkan menjadi 815 °C selama 2,5 jam. Setelah proses analisa selesai *crucible* dikeluarkan dan didinginkan. Kemudian dilanjutkan ke tahap penimbangan *crucible* yang berisi abu batubara, dan dicatat hasilnya untuk dilakukan perhitungan data hasil analisa. Analisa abu batubara dilakukan sebanyak 10 kali.

Kinerja Analitik Metode Analisa

Penentuan Ketepatan (Akurasi) Metode Analisa

Akurasi metode analisa ditentukan dengan melakukan analisa sebanyak 10 kali. Tiap-tiap hasil yang didapatkan selanjutnya dibandingkan dengan nilai rata-rata pengulangan 10 kali yang didapat pada penentuan presisi metode analisa sebelumnya. Dengan kata lain nilai rata-rata tersebut digunakan sebagai acuan/standar. Perbandingan tersebut ditunjukkan sebagai % *recovery*.

$$\% \text{ recovery} = \frac{A}{B} \times 100 \%$$

Keterangan :

A = Konsentrasi Analit

B = Standar/acuan

Penentuan Ketelitian (Presisi) Metode Analisa

Pengulangan analisa dilakukan sebanyak 10 kali. Presisi metode analisa dinilai berdasarkan *Coefficient of Variation* (CV) yang dihitung dari simpangan baku dibagi dengan nilai rata-rata dikalikan 100 %.

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{(n-1)}}$$

$$RSD = \frac{SD}{\bar{X}}$$

$$CV (\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100$$

Keterangan:

SD = Standar deviasi

\bar{X} = Harga rata-rata

X = Harga contoh

N = Banyaknya pengukuran

RSD = Relatif standar deviasi

CV = Koefisien variasi

c = Nilai rata-rata konsentrasi analit dalam fraksi desimal.

Ketahanan Metode

Uji ketahanan metode dilakukan dengan memvariasi kondisi analisis sedemikian rupa dan

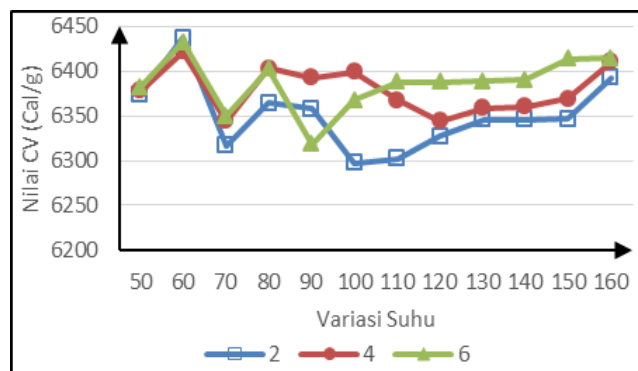
mengukur pengaruhnya terhadap presisi dan akurasi yang dicapai (perubahan kondisi dilakukan sepuluh kali analisis). Kondisi analisis yang divariasikan adalah lama waktu pengeringan sampel pada *rapid test*.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Perbedaan analisis parameter batubara metode standar yakni metode ISO (*International Organization for Standardization*) yang digunakan pada penelitian ini dengan metode *rapid test* terletak pada proses pengeringan dalam preparasi sampel batubara. Dalam tahapannya dilakukan variasi suhu dan waktu untuk memperoleh kedekatan nilai analisis pada metode *rapid test* dengan metode standar.

Penentuan Parameter Kualitas Batubara *Calorific Value*

Hasil analisa *calorific value* dengan variasi suhu dan waktu menggunakan metode *rapid test*.

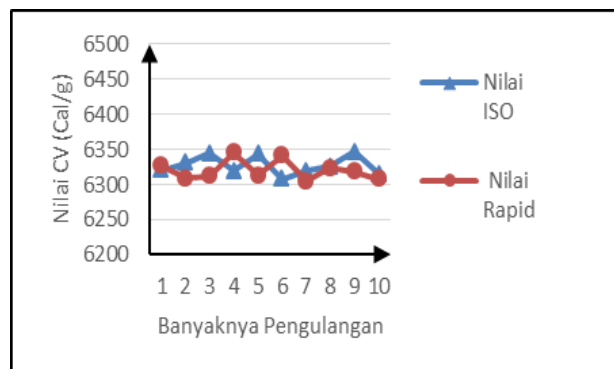


Gambar 1. Data grafik variasi suhu dan waktu dengan metode *rapid test*

Berdasarkan grafik yang diperoleh menunjukkan bahwa nilai *calorific value* konstan bergerak naik keatas terjadi pada kisaran suhu 120 °C – 160 °C yangmana terjadi peningkatan nilai seiring bertambahnya suhu pengeringan.

Dari data yang diperoleh kedekatan nilai CV dengan hasil analisa metode standar terletak pada

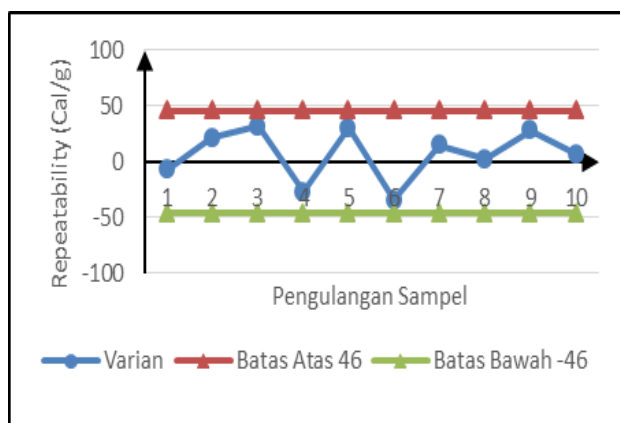
perlakuan metode *rapid test* dengan variasi suhu 150 °C dan waktu 2 menit dengan nilai CV yang diperoleh 6346,31 Cal/g. Selanjutnya dilakukan 10 kali pengulangan dengan suhu 150 °C dan waktu 2 menit dan berikut dapat dilihat kedekatan nilai kedua metode.



Gambar 2. Grafik kedekatan nilai CV dengan metode standar dan metode *rapid test*

Suatu pengembangan metode jika hanya dilakukan penentuan tunggal, kita tidak akan mengetahui benar atau tidaknya hasil tersebut sehingga perlu dilakukan dengan pengulangan sampel lebih dari satu. Jika antara hasil analisis nilainya berdekatan, maka hasil tersebut dapat dipandang benar [3].

Pelaksanaan pengujian berulang dikenal dengan sebutan *repeatability* atau keterulangan. untuk mengetahui batas dari varian yang ditentukan oleh ISO dibuatlah suatu grafik dengan batas maksimum dan minimum *repeatability* [4].

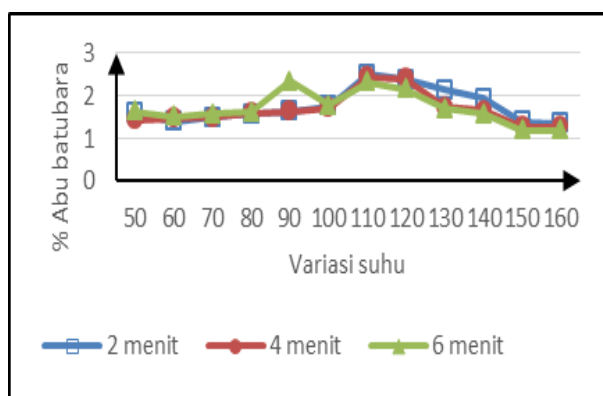


Gambar 3. Grafik nilai *calorific value* dilihat dari batas atas dan bawah pada *repeatability*

Pada grafik di atas nilai *calorific value* masih berada dalam batas maksimum dan minimum *repeatability* yang ditetapkan oleh perusahaan tempat analisis batubara yakni ± 46 cal/g sehingga dapat disimpulkan hasil analisis *calorific value* pada batubara dengan metode rapid dapat dilanjutkan dengan uji validasi.

Ash Content atau Kadar Abu Batubara

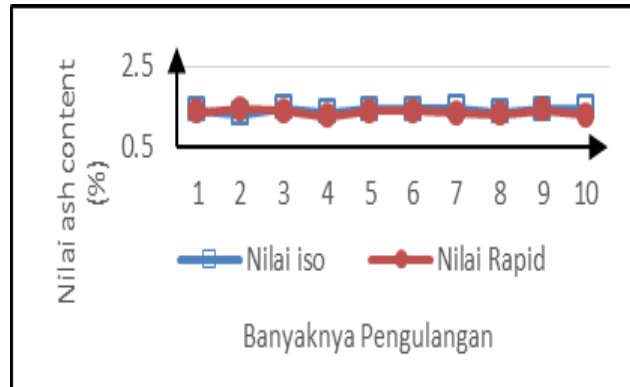
Hasil analisa *ash content* dengan variasi suhu dan waktu menggunakan metode *rapid test* dengan variasi suhu 150°C dan waktu 2 menit diperoleh data dengan grafik berikut ini :



Gambar 4. Grafik variasi suhu dan waktu dengan metode *rapid test* dalam analisis *ash content* batubara

Berdasarkan data yang diperoleh kekonstanan nilai terjadi pada suhu $110^{\circ}\text{C} - 160^{\circ}\text{C}$. Jika melihat data grafik *calorific value* sebelumnya maka nilai grafik parameter cv dan abu batubara berbanding terbalik hal ini sesuai dengan teorinya bahwa semakin tinggi kandungan *ash* atau abu batubara maka semakin rendah nilai panas yang diperoleh dari

batubara tersebut. Berdasarkan hasil yang diperoleh maka nilai yang mendekati dengan nilai standar terletak pada hasil analisis dengan perlakuan suhu 150°C dan waktu selama 2 menit yakni sebesar 1,4 %. Selanjutnya dilakukan 10 kali pengulangan dengan suhu 150°C dan waktu 2 menit dan berikut dapat dilihat kedekatan nilai kedua metode.

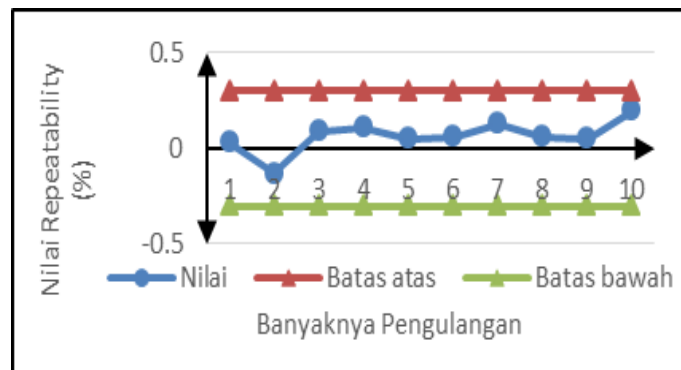


Gambar 5 Grafik kedekatan nilai ash dengan standar ISO dan *Rapid*

Gambar di atas menunjukkan adanya kedekatan nilai diantara kedua metode selanjutnya dilihat dari kedekatan nilainya terhadap nilai *repeatability* yang ditetapkan.

Pada data grafik di bawah nilai analisis *ash content* dari kedua metode masih berada pada batasan

nilai maksimum dan minimum *repeatability* adalah $\pm 0,3$ % sehingga dapat disimpulkan hasil data yang diperoleh benar menurut prosedur yang diberikan dan dapat dilanjutkan dengan uji validasi data.



Gambar 6 Grafik kedekatan nilai *ash content* dengan metode standar dan metode *Rapid Test*

Validasi Metode Akurasi

Akurasi adalah suatu kedekatan kesesuaian antara hasil suatu pengukuran dan nilai benar dari kuantitas yang diukur, perlu dilakukan uji persentase perolehan kembali (% *recovery*) untuk mengukur ketepatan hasil dari uji analisis yang telah dilakukan, di mana pengukuran yang dilakukan memberikan informasi adanya penyimpangan atau kesalahan acak dan sistematis pada hasil analisis dari metode yang digunakan [5] [6].

Akurasi dianggap baik berada pada toleransi perolehan kembali (% *recovery*) 10% atau dalam range 90 % - 110 % [7]. Berdasarkan data yang diperoleh hasil analisis *calorific value* dengan ISO memiliki rata-rata nilai sebesar 9327,25 cal/g. Nilai ini selanjutnya digunakan sebagai acuan/standar pada uji *recovery* dengan rata-rata nilai % *recovery* yang diperoleh kisaran 99,70 % - 100,30 % hasil tersebut memenuhi batas standar % *recovery* yang digunakan, dapat disimpulkan bahwa hasil analisis dengan

metode yang digunakan mempunyai akurasi yang baik.

Sama halnya pada perhitungan akurasi di atas, penentuan akurasi pada hasil analisis dengan metode *rapid test* pun berlaku demikian. Berdasarkan data yang diperoleh yang mana hasil % *recovery* berada pada kisaran 99,75 % - 100,40 % dapat disimpulkan bahwa % *recovery* yang diperoleh pada metode ini masih berada dalam kisaran nilai % *recovery* yang baik sehingga memiliki akurasi yang baik.

Pada parameter *ash content* berlaku demikian seperti dalam penentuan akurasi pada parameter *calorific value*, namun karena perbedaan analit yang dianalisis maka abu batubara memiliki % *recovery* yang sedikit berbeda dengan *calorific value*. Menurut tabel AOAC % *Recovery* yang diperbolehkan untuk analit dengan kadar 1 % sebesar 97 % – 103 % [8].

Pada hasil data analisis *ash content* dengan ISO secara keseluruhan nilai % *recovery* yang diperoleh mencakup batas % *recovery* yang diperbolehkan baik itu batasan persen *recovery*

menurut Green maupun menurut AOAC yang mana sesuai persen analit yang digunakan sehingga dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan memiliki keakuratan yang baik.

Pada hasil analisis uji *ash content* dengan metode *rapid test* pun berlaku demikian dari hasil data yang diperoleh bahwa ada beberapa analisis yang memiliki % *recovery* diluar kisaran nilai % *recovery* yang ditetapkan dalam AOAC. Namun secara keseluruhan data % *recovery* dapat diterima sesuai kisaran presentase tersebut yakni data berada pada kisaran 98,52 % - 103%. Jika data berpatokan pada nilai % *recovery* secara umum, yakni menurut kutipan jurnal Green dengan % *recovery* 90 % - 110 % maka untuk keseluruhan data pada metode *rapid test* berada pada kisaran % *recovery* yang baik.

Presisi

Presisi adalah keterulangan metode analisis dan biasanya diekspresikan sebagai simpangan baku relatif (*Relative Standard Deviation*, RSD). Nilai RSD sering disebut dengan koefisien variasi atau KV dari sejumlah pengukuran sampel [9].

Keseksamaan (presisi) dinyatakan dengan persentase *Relative Standar Deviasion* (% RSD) dengan batas-batas yang masih dapat diterima berdasarkan ketelitiannya [10][11]. Tingkat ketelitiannya terdiri dari: $RSD \leq 1\%$ = sangat teliti, $1\% < RSD \leq 2\%$ = teliti, $2\% < RSD < 5\%$ = ketelitian sedang, $RSD > 5\%$ = ketelitian rendah.

Berdasarkan data yang diperoleh bahwa analisis *calorific value* dengan metode ISO memiliki % KV sebesar 0,21 %. Dan hasil analisis *calorific value* dengan metode *rapid test* diperoleh % KV sebesar 0,23 %. Berdasarkan batas-batas penerimaan presisi hasil analisis ini berada pada kisaran nilai $\leq 1\%$, dari data ini disimpulkan bahwa hasil analisis *calorific value* dengan kedua metode memiliki tingkat ketelitian yang sangat teliti.

Analisis *ash content* dalam perhitungan presisi memiliki tetapan nilai RSD atau KV yang sedikit berbeda. Berdasarkan data hasil analisis *ash content* dengan metode ISO dan *rapid test* memiliki nilai % KV sebesar 4,03 % dan 4,28 % dengan KV Horwitz intra *repeatability* ($2/3\%$ KV Horwitz) yang diperoleh sebesar 2,53 % dan 2,9 %. Suatu metode pengujian dikatakan baik jika nilai KV nya lebih kecil dari KV Horwitz [12]. Data di atas dapat dilihat bahwasannya nilai % KV lebih besar dari nilai KV Horwitz sehingga jika melihat dari nilai pada persamaan Horwitz yang dibuat oleh komunitas Eropa dalam Council Directive 96/23/EC maka hasil data yang diperoleh kurang baik.

Pada metode yang sangat kritis, secara umum diterima bahwa RSD harus lebih dari 2% [13]. Penentuan presisi APVMA (2004) memiliki kriteria

penerimaan presisi yakni berdasarkan pada konsentrasi analit [14]. Untuk konsentrasi analit 1% - 10 % memiliki nilai akurasi $\leq 5\%$. Berdasarkan literatur tersebut dengan % KV yang diperoleh sebesar 4,03 % dan 4,28 % dan dengan konsentrasi analit *ash content* 1 % maka dapat dikatakan bahwa data analisis *ash content* dengan metode ISO dan *rapid test* memiliki presisi yang dapat diterima dengan ketelitian yang sedang.

Ketahanan

Melakukan validasi kekuatan suatu metode perlu dibuat perubahan metodologi yang kecil untuk mengevaluasi respon analitik dan efek presisi dan akurasi [13].

Pada penelitian ini untuk menguji ketahanan atau kekuatan metode *rapid* maka dilakukanlah variasi waktu di mana sebelumnya digunakan suhu 150 °C selama 2 menit maka pada penelitian ini digunakan waktu selama 4 menit sehingga dapat dilihat apakah terjadi perubahan yang signifikan pada hasil yang diperoleh. Berikut adalah hasil uji ketahanan untuk masing-masing parameter.

Calorific Value

Berdasarkan parameter akurasi untuk analisis *calorific value* dengan metode *rapid test* pada suhu 150 °C selama 4 menit yakni diperoleh rentang % *recovery* berada pada kisaran 99,95 % - 100,10 % berdasarkan data tersebut disimpulkan hasil analisis memiliki nilai keakuratan yang baik karena berada dalam kisaran persentase perolehan kembali yang diperbolehkan yakni 90 % - 110 %.

Berdasarkan parameter presisi dari data yang diperoleh nilai persen KV sebesar 0 % sehingga dapat diketahui hasil analisis *calorific value* dengan metode *rapid test* suhu 150 °C dengan variasi waktu 4 menit memiliki tingkat kecermatan yang sangat teliti yakni $\leq 1\%$. Dari hasil penelitian dengan uji validasi di atas dapat disimpulkan bahwa analisis *calorific value* dengan metode *rapid test* pada suhu 150 °C selama 4 menit memiliki ketahanan metode yang baik.

Ash Content

Berdasarkan parameter akurasi untuk analisis *ash content* dengan metode *rapid test* pada suhu 150 °C selama 4 menit, dilihat dari hasil data yang diperoleh bahwa ada beberapa hasil analisis yang memiliki % *recovery* diluar kisaran nilai % *recovery* yang ditetapkan oleh AOAC. Secara keseluruhan data % *recovery* dapat diterima sesuai kisaran presentase tersebut yakni data berada pada kisaran 97,00 % - 103,80 %. Jika data berpatokan pada nilai % *recovery* secara umum, yakni menurut kutipan jurnal Green dengan % *recovery* 90 % - 110 % maka

untuk keseluruhan data pada metode *rapid test* berada pada kisaran % recovery yang baik. Kesimpulan dari data yang diperoleh maka dapat dikatakan bahwa metode yang digunakan memiliki nilai akurasi yang cukup baik.

Parameter presisi yang diperoleh dari data hasil analisis *ash content* di mana nilai % KV yang diperoleh sebesar 5,36 % dengan KV Horwitz intra *repeatability* (2/3 % KV Horwitz) yang diperoleh sebesar 2,6 % .nilai % KV lebih besar dari nilai KV Horwitz sehingga hasil yang diperoleh kurang baik. Pada metode yang sangat kritis, secara umum diterima bahwa RSD harus lebih dari 2 % [13], namun dalam hal ini nilai KV yang diperolehpun melebihi batas kriteria penentuan presisi oleh APVMA yakni pada konsentrasi 1 % - 10 % memiliki nilai akurasi ≥ 5 % sehingga dapat disimpulkan bahwa pada metode *rapid test* pada suhu 150 °C selama 4 menit memiliki presisi yang kurang baik sehingga tidak dapat diterima untuk tingkat ketahanan metodenya.

KESIMPULAN

Metode *rapid test* pada suhu 150 °C dalam waktu 2 menit memiliki kinerja analitik dengan hasil uji yang sesuai diharapkan dalam analisis *ash content* dan *calorific value* . berdasarkan acuan yang ada untuk pengujian parameter akurasi, presisi dan ketahanan.

Metode *rapid test* yang dikembangkan dapat digunakan sebagai pembandingan metode standar untuk uji batubara khususnya *calorific value* dan *ash content*.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bayuseno, Sulistyono, dan Istadi. 2008. *Pengaruh Sifat Fisik dan Struktur Mineral Batubara Lokal Terhadap Sifat Pembakaran*. Jurnal Fakultas Teknik-Universitas Diponegoro, 10(2), 26-28. Semarang.
- [2] Triwin, B. 2012. *Validasi Metode Spektrofotometri Visibel untuk penetapan kadar Vitamin C pada Sediaan Tablet*. Skripsi. Fakultas Farmasi. Universitas Hasanuddin. Makassar.
- [3] Muchjidin. 2006. *Pengendalian Mutu Dalam Industri Batubara*. ITB. Bandung.
- [4] Sari, E.W.L. 2016. *Validasi Metode Rapid Test dalam Penentuan Total Moisture, Ash Content, Calorific Value (As Received) pada Batubara terhadap Standar ISO (International Organization for Standardizations) Ukuran 3 mm (Studi kasus di PT. Kaltim Prima Coal) di Kalimantan Timur*. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Mulawarman. Samarinda.
- [5] Wenclawiak, B.W. 2010. *Quality Assurance in Analytical Chemistry: Training and Teaching*. Heidelberg: Springer.
- [6] Bukhori, A.A. 2012. *Validasi Metode Rapid Test terhadap Metode ASTM (American Standard Test Methods) dalam Penentuan Kadar Inherent Moisture, Total Sulfur dan Calorific Value*. Skripsi. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Mulawarman. Samarinda.
- [7] Green, M. J. 1996. *A Practical Guide to Analytical Method Validation Anal.* Cheltenham, Newsand Feature, May1, 305A-309A.
- [8] Gonzalez, A.G., Herrador, M.A. 2007. *A Practical Guide to Analytical method Validation, Including Measurement Uncertainty and Accuracy Profiles*. Trends in Analytical Chemistry, 26(3), 232-234.
- [9] Rohman, A. 2014. *Validasi dan Penjaminan Mutu Metode Analisis Kimia*. Yogyakarta: UGM-Press.
- [10] Sumardi, 2004. *Uji Kinerja (Validasi) Metode Analisis Petunjuk Umum*. RC Chem Learning Centre. Bandung.
- [11] Kusuma, E.A.S. 2011. *Optimasi Kinerja Analitik pada Penentuan Kadar Fosfor sebagai P₂O₅ pada Abu Batubara dengan Metode Spektrofotometer Visible*. Skripsi. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Mulawarman. Samarinda.
- [12] Kantasubrata, J. 2012. *Validasi Metode. Pelatihan Pemahaman dan Penerapan SNI ISO/IEC 17025:2008 Pada Pengelolaan Laboratorium*. RC Chem Learning Centre. Bandung.
- [13] Harmita. 2004. *Petunjuk Pelaksanaan Validasi Metode dan Cara Penggunaannya*. Jurnal Majalah Ilmu Kefarmasian. 1(3), 117 – 135.
- [14] Saravirgizma, O. 2010. *Validasi Metode Analisis Fitalat sebagai Migran dari Kemasan pada Simulan Pangan*. Skripsi. Fakultas Teknologi Pertanian. Universitas Institut Pertanian Bogor. Bogor.